

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

11 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

2 731 588

21 N° d'enregistrement national : 95 03066

51 Int Cl<sup>8</sup> : A 23 L 2/62, 2/02//A 23 L 1/0524, 1/0532

12

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 16.03.95.

30 Priorité :

43 Date de la mise à disposition du public de la  
demande : 20.09.96 Bulletin 96/38.

56 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule.*

60 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

71 Demandeur(s) : SYSTEMES BIO INDUSTRIES  
SOCIETE ANONYME — FR.

72 Inventeur(s) : BAREY PHILIPPE.

73 Titulaire(s) :

74 Mandataire : CABINET LAVOIX.

### 54 COMPOSITION POUR LA STABILISATION DE BOISSONS ACIDES.

57 L'invention a pour objet une composition pour stabiliser une boisson non laitière, notamment une boisson à base de fruits et/ou légumes comprenant des éléments insolubles, ladite composition comprenant une combinaison d'une pectine et d'un alginat dans laquelle le rapport de la quantité de motifs d'acide galacturonique méthylé (AGM) de la pectine à la quantité de motifs d'acide guluronique de l'alginate (G) est compris entre 0,30 et 0,70.

L'invention concerne également un procédé de préparation d'une telle boisson stabilisée.

FR 2 731 588 - A1



L'invention concerne une composition pour stabiliser une boisson non laitière, notamment une boisson à base de fruits et/ou légumes, comprenant des éléments insolubles, ainsi qu'un procédé de préparation d'une telle boisson stabilisée.

Le problème rencontré avec les boissons comprenant des éléments insolubles tels que pulpes, huiles essentielles, etc... est la tendance à la séparation (sédimentation ou crémage) des éléments insolubles.

Pour résoudre ce problème et maintenir en suspension les éléments insolubles on a proposé dans le cas de boissons fruitées de type "squash" (ayant une teneur très élevée en éléments solides) d'élèver la viscosité de la boisson par addition de composants tels que, par exemple de la pectine, des gommes ou des alginates (S. Ranganna et B. Raghuramaiah, Indian Food Packer, Mars, Avril 1970, p. 14-21).

Par ailleurs, K. Toft et al ont décrit dans le cadre d'une étude réalisée sur de la confiture allégée, l'action synergique de formation de gels thermoréversibles de mélanges d'alginates et de pectines à forte teneur en groupes méthoxy (American Chemical Society, 1986, p. 10 et suiv; et K. Toft, Prog. Fd. Nutr. Sci., vol. 6, pp. 89-96, 1982).

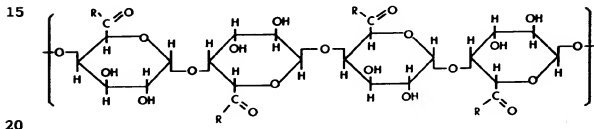
On a maintenant découvert que la combinaison d'alginate et de pectine, permettait d'obtenir des boissons comprenant des éléments insolubles présentant une excellente stabilité au cours du temps et de viscosité très faible.

Par "stabilité" au sens de la présente invention, on entend le maintien en suspension des éléments insolubles et l'homogénéité de la suspension initialement formée.

Les boissons contenant des éléments insolubles sont conformément à la présente invention toute boisson d'origine non laitière, plate ou gazeuse, sucrée ou non, salée ou non, alcoolisée ou non, à consommer en l'état ou pouvant être diluée.

Ces boissons ont généralement un extrait sec compris entre 1 et 70%, en poids, un pH compris entre 2,5 et 4, une teneur en alcool comprise entre 0 et 45% en volume, et une teneur en sel (NaCl) comprise entre 0 et 3% en poids.

La pectine est une macromolécule linéaire d'acide polyanhydrogalacturonique partiellement méthylé, schématisée par la formule suivante :



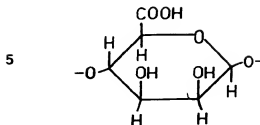
dans laquelle R = OH et OCH<sub>3</sub> (pectines) et OH, OCH<sub>3</sub>, NH<sub>2</sub>, (pectines amidées).

Le degré d'estérification d'une pectine est variable et compris entre 25 et 50% pour une pectine faiblement méthylée (LM) et supérieur à 50% pour une pectine fortement méthylée (HM).

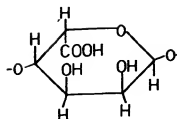
Le degré d'amidation est le plus souvent inférieur à 25%, ce taux constituant la limite supérieure autorisée pour des pectines destinées aux produits alimentaires.

Les alginates sont des polysaccharides naturels dont les motifs de base sont formés par de l'acide β-1,4-D-mannuronique et de l'acide α-1,4-L-guluronique, partiellement salifiés, comme représentés

ci-dessous.



**$\beta$ -1,4-D-mannuronate**



**$\alpha$ -1,4-L-gulonate**

10

L'invention a pour objet l'utilisation d'une  
combinaison d'alginate et de pectine pour stabiliser une  
boisson non laitière, notamment à base de fruits et/ou  
15 légumes, comprenant des éléments insolubles en suspen-  
sion.

Il a été observé qu'un effet synergique sur  
la capacité de formation d'un réseau tridimensionnel de  
très faible viscosité mais suffisamment résistant pour  
20 maintenir en suspension les éléments insolubles était  
réalisé lorsque le rapport de la quantité de motifs  
d'acide galacturonique méthylé (AGM) de la pectine à la  
quantité de motifs d'acide guluronique (G) de l'alginate  
était compris entre 0,30 et 0,70, notamment 0,40 et 0,60.

25 Les compositions particulières présentant ce  
rapport sont nouvelles et constituent un autre objet de  
l'invention.

Tous les alginates peuvent être employés;  
toutefois les alginates ayant un rapport quantité de  
30 motifs d'acide mannuronique/quantité de motifs d'acide  
guluronique inférieur à 1 sont préférés.

Avantageusement, l'alginate est un alginate  
de sodium.

Toutes les pectines HM et LM (amidées ou non)  
35 peuvent être employées; toutefois les pectines à fort

degré d'estérification (pectines HM) sont préférées.

Selon un premier aspect de l'invention, la composition décrite ci-dessus est sous forme de poudre et sensiblement exempte d'ions calcium libres et comprend éventuellement un complexant du calcium.

Selon un second aspect de l'invention, la composition décrite ci-dessus est sous forme d'une solution aqueuse, sensiblement exempte d'ions calcium libres et comprend éventuellement un complexant du calcium.

L'invention a en outre pour objet un procédé de préparation d'une boisson non laitière, notamment à base de fruits et/ou légumes, comprenant des éléments insolubles, caractérisé en ce que l'on ajoute à ladite boisson une solution préalablement préparée par solubilisation en milieu aqueux de pectine et d'alginate, de préférence de sodium sensiblement en l'absence d'ions calcium libres et l'on acidifie ledit milieu à pH inférieur à 4.

La quantité totale d'alginate et de pectine ajoutée est avantageusement comprise entre 0,01% et 0,07% en poids sec par rapport au poids total de la boisson obtenue en final, un rapport optimal avec des pectines de degré d'estérification élevé et des alginates riches en acides guluroniques se situant aux environs de 0,04%, en poids sec par rapport au poids de la boisson finale.

Selon l'invention, il est essentiel que lors de la préparation de la boisson finale, le mélange pectine/alginate, soit dissous en milieu aqueux en l'absence, ou du moins en présence de quantités n'excédant pas l'état de traces, d'ions  $\text{Ca}^{++}$  libres.

Lorsque le milieu aqueux contient des ions libres, on peut ajouter soit à la solution alginate/pectine, soit dans la boisson à base de fruits avant l'addition du mélange alginate/pectine, soit aux deux, un

complexant du calcium en milieu acide compatible avec une composition alimentaire, par exemple le métapolyphosphate de sodium. La présence du complexant du calcium est généralement conditionnée par le fabricant de la boisson.

5 Une fois la boisson stabilisée il est indifférent d'ajouter des ions calcium par la suite. Ainsi par exemple lorsque la boisson finale est une boisson concentrée destinée à être diluée pour sa consommation, il est indifférent que celle-ci soit diluée avec une eau  
10 dure (riche en calcium).

Il est également important d'acidifier le milieu après dissolution du mélange alginate/pectine, de préférence à un pH compris entre 2,5 et 4, un pH optimum étant de 3,1.

15 On décrira ci-après quelques exemples de réalisation de boissons selon l'invention.

#### **Exemple 1**

Boisson plate à la pulpe d'orange.

20

#### **Formule :**

- Unipectine RS <sup>(1)</sup>	=	0,17g
- Satialgine SG 300 <sup>(2)</sup>	=	0,27g
- Eau désionisée	=	100,00g

25

- Arôme orange LC 20062 <sup>(3)</sup>	=	30,00g
- Métapolyphosphate de sodium (MERCK)	=	1,00g
- Saccharose	=	90,00g
- Acide citrique	=	3,40g

30

- Eau de ville (30°TH)	qsp	1000,00g
------------------------	-----	----------

(1) Pectine à teneur AGM = 59%, 150° SAG commercialisée par SBI (Systems Bio Industries).

(2) Alginate de sodium : M/G : 0,5 commercialisé par SBI.

(3) Arôme commercialisé par SBI, pH = 3,3; Brix = 63°;

35

Quantité de pulpe = 4% (p/p).

**solution a :**

On a dispersé le mélange pectine/alginat dans de l'eau désionisée à 80°C et maintenu cette température sous agitation pendant 10 minutes.

5 **Solution b :**

On a ajouté sous agitation le métapolyphosphate, le saccharose, l'arôme orange et l'acide citrique dans de l'eau de ville (30°TH) et on a pasteurisé ce mélange à 90°C pendant 5 minutes.

10 On a ensuite ajouté la solution a) à la solution b) en cours de pasteurisation et on a conditionné le mélange final.

**Caractéristiques de la boisson finale :**

15 pH = 3,1

Brix = 10,6°

Viscosité = 4,7 mPa.s

La boisson est stable à 100% après 50 jours de stockage à température ambiante alors qu'une boisson témoin (même formule sans pectine/alginat) présente une

20 décantation très nette de la pulpe après 24 heures.

**Exemple 2 :**

Boisson plate "light" à la pulpe d'orange.

25 **Formule :**

Unipeptine RS<sup>(1)</sup> = 0,17g

Satialgine SG 300<sup>(2)</sup> = 0,27g

Eau désionisée = 100g

30 Eau de ville = qsp 1000g

Arôme orange<sup>(3)</sup> = 30,00g

Métapolyphosphate de sodium = 1,00g

Acide citrique = 3,40g

Aspartame 200 = 0,115g

35 Acésulfame K = 0,115g

La boisson finale a été préparée de la même manière qu'à l'exemple 1 sauf que le saccharose a été remplacé par de l'aspartame 2000 et de l'acésulfame K.

5 **Caractéristiques de la boisson finale :**

Ph = 3,1

Brix = 2,3°

Viscosité =(LOW SHEAR 30) = 4,6 mPa.s

La boisson est stable à 100% après 50 jours.

10

**Exemple 3 :**

Boisson gazeuse à la pulpe d'orange.

**Formule :**

15	Unipeptine RS <sup>(1)</sup>	= 0,20g
	Satialgine SG 300 <sup>(2)</sup>	= 0,30g
	Eau désionisée	= 100,00g

	Eau gazeuse <sup>(4)</sup>	= qsp 1000g
20	Arôme orange <sup>(3)</sup>	= 30,00g
	Métapolyphosphate de sodium	= 1,00g
	Acide citrique	= 20,00g
	Saccharose	= 90,00g

25 <sup>(4)</sup> Eau minérale gazeuse (ST YORRE) :

	Teneur en calcium	= 0,078g/l
	Teneur en bicarbonates	= 4,263g/l

**Solution a :**

30 On a dispersé la pectine et l'alginate dans de l'eau désionisée à 80°C et agité pendant 10 minutes puis refroidi à température ambiante.

**Solution b :**

35 On a dispersé dans de l'eau gazeuse à 20°C le saccharose, l'arôme et le métapolyphosphate.



On a additionné a) dans b) à froid, puis ajouté l'acide citrique et conditionné la boisson finale.

**Caractéristiques de la boisson finale :**

5     pH     = 3,1  
       Brix = 12,8°

La boisson est stable à 100%.

**Exemple 4 :**

10            Boisson alcoolisée à la pulpe d'orange (20% volume).

**Formule :**

	Unipeptine RS <sup>(1)</sup>	= 0,20g
	Satralgine SG 300 <sup>(2)</sup>	= 0,30g
15	Eau désionisée	= 100,00g
	Eau gazeuse <sup>(4)</sup>	= qsp 1000g
	Arôme orange <sup>(3)</sup>	= 30,00g
	Métapolyphosphate de sodium	= 1,00g
20	Acide citrique	= 3,40g
	Saccharose	= 90,00g
	Alcool à 90% (volume éthanol)	= 22,20g

**Solution a :**

25            On a dispersé la pectine et l'alginate dans de l'eau distillée à 80°C sous agitation et maintenu cette température pendant 10 min., puis refroidi à température ambiante.

**Solution b :**

30            On a dispersé dans de l'eau froide le métapolyphosphate, l'arôme orange, le sucre et l'alcool et agité jusqu'à dissolution complète.

On ajouté a) dans b) sous agitation puis l'acide citrique et on a conditionné la boisson finale.

**Caractéristiques de la boisson finale :**

pH = 3,1

Brix = 11,3°

alcool = 20% volume

5 La boisson est stable à 100% après 50 jours.

**Exemple 5**

Boisson concentrée (60° Brix) à diluer (type  
Squash).

10

**Formule :**

Unipeptine RS<sup>(1)</sup> = 0,10g

Satinalgine SG 300<sup>(2)</sup> = 0,12g

Eau désionisée = 100,00g

15

Eau de ville TH30° = qsp 1000g

Arôme orange<sup>(3)</sup> = 160,00g

Métapolyphosphate de sodium = 1,00g

Acide citrique = 7,50g

20

Saccharose = 490,00g

Alcool à 90% (volume éthanol) = 22,20g

**Solution a :**

25 On a dispersé dans l'eau distillée à 80°C la  
pectine et l'alginate maintenu pendant 10 minutes le  
mélange à cette température, puis refroidi à température  
ambiante.

**Solution b :**

30 On a dispersé dans de l'eau froide le  
métapolyphosphate, l'arôme orange et le sucre et on a  
agité jusqu'à dissolution complète.

On a additionné a) dans b) sous agitation,  
puis on a ajouté l'acide citrique et on a conditionné la  
boisson finale.

35

**Caractéristiques de la boisson finale :**

pH = 2,9

Brix = 60°

La boisson est stable à 100% après 50 jours.

5

**Exemple 6**

Boisson salée à base de jus de légumes.

**Formule :**

	Unipeptine RS <sup>(1)</sup>	= 0,17g
10	Satralgine SG 300 <sup>(2)</sup>	= 0,27g
	Eau désionisée	= 100,00g
	Eau de ville	= qsp 1000g
	Double concentré de tomates (28%)	= 360,00g
15	Métapolyphosphate de sodium	= 1,00g
	Acide citrique	= 15,00g
	Chlorure de sodium	= 6,00g

**Solution a :**

On a dispersé dans l'eau désionisée à 80°C la pectine et l'alginate, maintenu le mélange à cette température pendant 10 minutes, puis refroidi à température ambiante.

**Solution b :**

On a dispersé dans de l'eau froide le métapolyphosphate, le concentré de tomates, et on a agité jusqu'à dissolution complète.

On a additionné a) dans b) sous agitation, puis ajouté l'acide citrique et le chlorure de sodium et conditionné la boisson finale.

30

**Caractéristiques de la boisson finale :**

pH = 3,2

Brix = 13°

La boisson est stable à 100% après 50 jours.

35

REVENDECATIONS

1. Composition pour stabiliser une boisson non laitière, notamment une boisson à base de fruits et/ou légumes comprenant des éléments insolubles, ladite  
5 composition comprenant une combinaison d'une pectine et d'un alginat dans laquelle le rapport de la quantité de motifs d'acide galacturonique méthylé (AGM) de la pectine à la quantité de motifs d'acide guluronique de l'alginate (G) est compris entre 0,30 et 0,70.
- 10 2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le rapport AGM/G est compris entre 0,40 et 0,60.
3. Composition selon la revendication 1 ou la revendication 2, sous forme de poudre, ladite composition  
15 étant sensiblement exempte d'ions calcium libres.
4. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle est sous forme d'une solution aqueuse, sensiblement exempte d'ions calcium libres.
- 20 5. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans laquelle l'alginate est un alginat de sodium.
6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle  
25 comprend un complexant du calcium.
7. Utilisation d'un mélange d'alginate, de préférence de sodium et de pectine, pour la stabilisation d'une boisson non laitière notamment à base de fruits et/ou légumes, comprenant des éléments insolubles en  
30 suspension, caractérisée en ce que le rapport de la quantité d'acide galacturonique méthylé de la pectine (AGM) à la quantité d'acide guluronique de l'alginate est compris entre 0,30 et 0,70.
8. Procédé de préparation d'une boisson non  
35 laitière, notamment à base de fruits et/ou légumes,

comprenant des éléments insolubles caractérisé en ce que l'on ajoute à ladite boisson, une solution préalablement préparée par solubilisation en milieu aqueux de pectine et d'alginate, de préférence de l'alginate de sodium  
5 sensiblement en l'absence d'ions calcium libres, dans laquelle le rapport de la quantité d'acide galacturonique méthylé de la pectine (AGM) à la quantité d'acide guluronique de l'alginate est compris entre 0,30 et 0,70, et en ce que l'on acidifie ledit milieu à un pH inférieur  
10 à 4.

9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que la quantité totale d'alginate et de pectine ajoutée à la boisson est comprise entre 0,01% et 0,07% en poids sec par rapport au poids total de la  
15 boisson finale.

INSTITUT NATIONAL

de la

PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIREétabli sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la rechercheN° d'enregistrement  
nationalFA 516333  
FR 9503066

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinate
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 12 no. 96 (C-484), 29 Mars 1988 & JP-A-62 228227 (SAN EI CHEM. IND. LTD.) 7 Octobre 1987, * abrégé *	1,3-5, 7-9
A	DE-A-35 01 305 (PETER ECKES KG MBH) * le document en entier *	1-5,7-9
A	EP-A-0 639 335 (SOREMARTEC S.A. ET AL.) * revendications 1,6,7,10 *	1
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 12 no. 128 (C-489), 20 Avril 1988 & JP-A-62 248464 (SAN EI CHEM. IND. LTD.) 29 Octobre 1987, * abrégé *	1
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 7 no. 61 (C-156), 15 Mars 1983 & JP-A-57 208965 (KIBUN KK) 22 Décembre 1982, * abrégé *	1
A	DATABASE WPI Week 8309 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 83-21572k & JP-A-58 013 358 (KUBUN KK), 25 Janvier 1983 * abrégé *	1
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
		A23L C12G
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
30 Novembre 1995		Alvarez Alvarez, C
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		
<p>X : particulièrement pertinent à lui seul  Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie  A : pertinent à l'encontre d'un autre une revendication ou un autre-plus technologies général  O : divulgation non-actives  F : document futuritaire</p> <p>T : théorie en principe à la base de l'invention  E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.  D : cité dans la demande  L : cité pour d'autres raisons  A : membre de la même famille, document correspondant</p>		